## 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

20. 5. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:

2003年 5月21日

REC'D 0 8 JUL 2004

WIPO

出 願 番 号 Application Number:

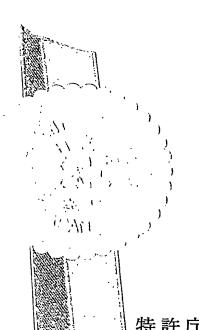
特願2003-142894

[ST. 10/C]:

[JP2003-142894]

出 願 人 Applicant(s):

独立行政法人 科学技術振興機構



PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2004年 6月21日

今井康



【書類名】

特許願

【整理番号】

15P173

【あて先】

特許庁長官殿

【国際特許分類】

G01B 5/20

【発明者】

【住所又は居所】

宮城県仙台市青葉区川内澱橋通12-47 ロイヤルヒ

ルズ広瀬川501

【氏名】

安部 隆

【発明者】

【住所又は居所】

宮城県仙台市青葉区三条町19-1 国際交流会館

【氏名】

李麗

【発明者】

【住所又は居所】

宫城県仙台市太白区八木山南一丁目11-9

【氏名】

江刺 正喜

【特許出願人】

【識別番号】 396020800

【氏名又は名称】 科学技術振興事業団

【代表者】

沖村 憲樹

【代理人】

【識別番号】

100092392

【弁理士】

【氏名又は名称】

小倉 亘

【手数料の表示】

【予納台帳番号】

011660

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【プルーフの要否】

【書類名】 明細書

【発明の名称】 圧電材料の加工方法

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 マスクを所定の膜厚分布で圧電材料の被加工面に設け、圧電材料及びマスクをドライエッチングすることにより圧電材料の表面をマスクの膜厚分布を反映した三次元形状に加工することを特徴とする圧電材料の加工方法。

【請求項2】 加工速度比を増幅させる薄膜を圧電材料/マスクの界面に介在させてドライエッチングする請求項1記載の加工方法。

【請求項3】 圧電材料の表面にパターニングされたマスク材料を加熱溶融する ことにより所定の膜厚分布を付与する請求項1記載の加工方法。

【請求項4】 圧電材料の表面に塗布されたマスク材料に精密型を圧着することにより所定の膜厚分布を付与する請求項1記載の加工方法。

【請求項5】 反応性の低いガスを用いたドライエッチングでマスクに所定の膜厚分布を付与した後、圧電材料に対する選択反応性の高いガスを用いたドライエッチングに切り替える請求項1~4何れかに記載の加工方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## [0001]

本発明は、水晶、PZT(チタン酸ジルコン酸鉛),LiNbO<sub>3</sub>等の圧電材料を任意形状に加工し、超音波振動の制御,振動特性の改善を可能にした加工方法に関する。

## 【背景技術】

## [0002]

圧電素子は基準周波数の発振源、電子電気機器用クロック等、広範な分野で使用されており、情報処理・伝達能力を高性能化するための薄型化や高品質化のためのレンズ形状への加工法に関する研究・開発が進められている。

電極直径が数mm以上の大型振動子では、湿式エッチング後で整形した凸部の端面を機械研磨等で曲面に加工する方法が採用されている。電極直径1mm以下の小型振動子では、凹面加工により支持損失を低減した高品質の振動子を製作し

ている。凹面加工の一形態として、最終目標に近いプロフィールに成形した後で ドライエッチングする方法も紹介されている(特許文献 1)。

【特許文献1】 特開2002-368572号公報

[0003]

機械研磨では、定盤に取り付けた研磨布で圧電材料の表面を研磨しているが、 圧電材料の結晶にダメージを与えやすい。また、研磨台に配置した小さな振動子 全てを目標形状に仕上げることは不可能であり、形状の自由度も低い。凹面加工 では、薄層化による高周波化,支持損失の低減による高いQ値を得やすいが、三 次元形状への加工が困難なため振動子中央部に大きな質量を分布させ難い。その 結果、質量負荷に対して振動が不安定になりやすい。

## 【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

[0004]

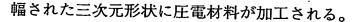
本発明は、このような問題を解消すべく案出されたものであり、目標形状に対応する膜厚分布をもつマスクを圧電材料(被加工材)の表面に設けた後でドライエッチングすることにより、大面積への対応,超小型化,集積化,加工自由度の全てに優れ、高精度で三次元形状に加工された圧電材料を得ることをを目的とする。

## 【課題を解決するための手段】

[0005]

本発明に従った加工方法では、圧電材料に比較して加工速度が異なるマスク材料から成膜されたマスクを圧電材料の被加工面に設ける。パターニングされたマスク材料の加熱溶融,精密型の圧着等により、マスクに所定の膜厚分布を付与する。マスクの形成に先立って、加工速度比を増幅させる薄膜を圧電材料/マスクの界面に介在させても良い。

マスクが設けられた圧電材料をドライエッチングすると、マスクの膜厚分布に 做った形状に圧電材料が加工される。ドライエッチングの初期に選択反応性の低いガス組成を使用してマスク,圧電材料の表面層をエッチング除去した後、圧電 材料に対する選択反応性の高いガス組成に切り替えると、マスクの膜厚分布が増



#### 【発明の効果】

#### [0006]

ドライエッチングされた圧電材料は、マスクの膜厚分布を反映した三次元形状に加工される。圧電材料との関係でマスク材料を選択して圧電材料、マスクの加工速度比を調節し、或いは反応性の低いガス組成から圧電材料に対する選択反応性の高いガス組成に切り替えながらドライエッチングするとき、マスクの膜厚分布を増幅させた三次元形状にも加工できる。大面積の圧電材料であっても、複雑で任意の形状への加工が容易である。しかも、ドライエッチングによる加工であるため、結晶欠陥の原因となる歪みの導入や異物の混入がなく、面内方向の質量分布がニーズに応じて制御された高品質の圧電素子が得られる。

## [0007]

振動エネルギーが質量に依存する特性を示す圧電素子では、予めニーズに対応した面内質量分布を適正化して電極を配置するとき、電気エネルギーから機械振動エネルギーへの効率的な変換が促進される。そのため、大きな負荷がかかる吸着物の測定、外界への振動の伝播等の目的に対応した優れた振動子を実現する上で、質量分布を三次元的に整形する加工技術が重要である。

## [0008]

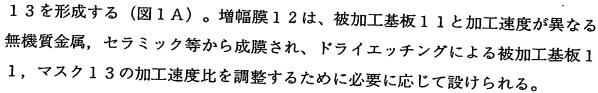
機械加工、レーザ加工によるとき加工自由度は高くなるが、大半の圧電材料は 脆性材料であり、加工時の熱で結晶構造が変化する虞もある。そのため、高品位 振動子の作製に適した加工法が要求される。この点、加工時に機械的、熱的な応 力の導入がないドライエッチングによるとき、結晶構造に悪影響を与えることな く圧電材料を目標とする三次元形状に高精度加工できる。ドライエッチング法は 、他の方法に比較して、小型化、大量一括生産にも適している。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## [0009]

コンベックス型水晶振動子マイクロバランスの加工を例にとって本発明を具体 的に説明する。

先ず、被加工基板11 (圧電材料基板) に加工速度比増幅膜12を介しマスク



#### [0010]

フォトレジストから成膜されるマスク13では、たとえば圧電材料基板11にフォトレジストを塗布した後、周縁部に照射される光量が中央部より少なくなる条件下でレジスト膜を露光し、現像することにより、厚膜の中央部から周縁部に向けて薄くなる膜厚分布をもつマスク14に整形できる。圧電材料(被加工基板11)に比較してフォトレジスト製マスク14のエッチング速度は一般的に低いので、通常条件下のドライエッチングで形成される凹凸が浅くなる。

#### [0011]

より立体的な形状の転写が要求される場合、錫,低融点ガラス,フリット等、低融点の無機質金属やセラミックスをリフローすることにより、被加工基板11に比較して加工速度が低いマスク14を形成する(図1B)。マスク14は、フォトレジスト製マスク13の上に積層しても良い。

## [0012]

別な基板に予め形成した精密型15をマスク13に圧着し、膜厚分布が制御されたマスク14に整形する方法も採用できる(図1C)。精密型15を使用する場合、マスク13に対向する精密型15の作用面に剥離紙16を敷き、整形されたマスク14から精密型15の分離を容易にすることが好ましい。

リフロー,精密型15の圧着何れによる場合でも、厚い中央部から周縁部に向 けて徐々に薄くなる膜厚分布をもつマスク14に整形される。

## [0013]

膜厚分布が制御されたマスク14を設けた被加工基板11をドライエッチングすると、マスク14の膜厚分布が反映された形状(図1D)に被加工基板11の表面層が加工され、目標形状(図1E)をもつ圧電素子素材17が得られる。

被加工基板11に転写される三次元形状の凹凸は、被加工基板11とマスク14の加工速度比調節によっても制御される。たとえば、ドライエッチングでは、 被加工基板11を選択的に加工又は脆弱化するラジカル等の供給源としてPFC (パーフルオロカーボン),  $SF_6$ , 塩素, ヨウ素系のガス (以下、選択反応性ガスという) と選択性のない物理的エッチング作用を呈するAr, Kr, Xe 等のガス (以下、非選択性ガスという) が使用されるが、選択反応性ガスと非選択性ガスの比率を変えることにより加工速度比を制御できる。或いは、プラズマ発生の投入パワーによっても加工速度比が制御される。

#### [0014]

たとえば、整形されたフォトレジスト製マスク14をドライエッチングする途中で、非選択性ガスの多いガス組成から選択反応性ガスの多いガス組成に切り替える。非選択性ガスの比率が高いドライエッチングでは、マスク14の膜厚分布が被加工基板11に転写される。選択反応性ガスの比率が高いドライエッチングでは、被加工基板11が優先的にエッチングされる。その結果、マスク14の膜厚分布が増幅された三次元形状に被加工基板11を加工できる。

#### 【実施例1】

#### [0015]

PZTを圧電材料基板 1 1 に使用し、ポジ型レジストをスピンコート法で塗布し、膜厚 7  $\mu$  mのレジスト膜を形成した。濃淡のあるグレーティングマスクでフォトレジストを露光することにより膜厚分布が制御されたマスク 1 4 に整形した。整形されたマスク 1 4 は、断面が周期的なノコギリ歯形状になった膜厚分布をもっていた。

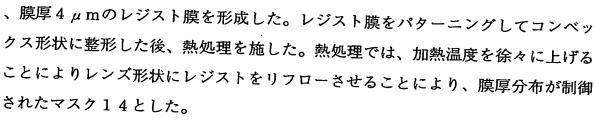
次いで、反応性ドライエッチングによりマスク14の膜厚分布を被加工基板11に転写した。SF6をエッチングガスに用いて10Pa以下の減圧雰囲気でドライエッチングしたところ、フォトレジスト、PZTの加工速度比は0.2程度であり、PZTの加工速度は $0.1\sim0.2~\mu$  m/分であった。その結果、 $1~\mu$  m程度の周期的なパターンをPZTに転写できた。

ドライエッチングされたPZTに電極をパターニングし、電圧を印加すると、基板上の微小物体を一定方向に運動させることができた。

## 【実施例2】

## [0016]

圧電材料基板11に水晶を使用し、ポジ型レジストをスピンコート法で塗布し



#### [0017]

次いで、反応性ドライエッチングによりマスク14の膜厚分布を被加工基板11に転写した。SF6, Xeの混合ガスをエッチングガスに用いて10Pa以下の減圧雰囲気でドライエッチングしたところ、フォトレジスト,水晶の加工速度比は0.3程度であり、水晶の加工速度は $0.4 \sim 0.6 \ \mu \, \text{m}/\text{分}$ であった。その結果、マスク14のレンズ形状を倣った三次元形状に水晶を加工できた。

マスク14のレンズ高さを1.6 $\mu$ m程度にすると、振動特性が大幅に向上した圧電素子が得られ、未加工時に比較してQ値が2倍以上も高くなった。作製された圧電素子では、副振動も一桁近く低減されていた。

#### 【実施例3】

## [0018]

圧電材料基板 11に水晶を使用し、ポジ型レジストをスピンコート法で塗布し、膜厚  $4 \mu$  mのレジスト膜を形成した。レジスト膜をパターニングしてコンベックス形状に整形した後、熱処理を施した。熱処理では、加熱温度を徐々に上げることによりレンズ形状にレジストをリフローさせることにより、膜厚分布が制御されたマスク 14 とした。

## [0019]

次いで、10 P a 以下の減圧雰囲気で反応性ドライエッチングすることによりマスク14の膜厚分布を被加工基板11に転写した。エッチングガスには、SF6、Xeの混合ガスを用いた。エッチング初期に混合ガスの組成比をSF6:Xe=9:1として3分間エッチングすることにより、マスク14のコンベックスと水晶板との境界に高さ1 $\mu$ mの斜面を形成した。その後、ガス流量制御装置で数秒以内に組成比を1:1に変更したところ、加工速度比が $0.4 \rightarrow 0.2$ ,水晶の加工速度が $0.4 \mu$ m/分 $0.2 \mu$ m/分以下と大幅に低下した。加工速度比,加工速度の低下に伴い、マスク14/水晶板の境界が緩やかな勾配をもつ斜面に

整形された。

作製された圧電素子は、中央部に付与された曲面分布のため、共振周波数の鈍 化が抑制された素子として使用できた。

## 【産業上の利用可能性】

[0020]

膜厚分布が制御されたマスク14を設けた圧電材料基板11をドライエッチングしているため、従来の湿式エッチングー機械研磨に比較して目標三次元形状に高精度で加工でき、中央部に大きな質量を分布させることも容易である。このように加工された圧電材料から作成される圧電素子は、質量負荷に対する振動が安定しているので、極微量のバイオ、化学物質を検出する分子認識センサ等を始めとして広範な分野で使用される。

## 【図面の簡単な説明】

[0000]

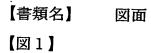
【図1】 圧電材料を三次元加工する工程のフロー図

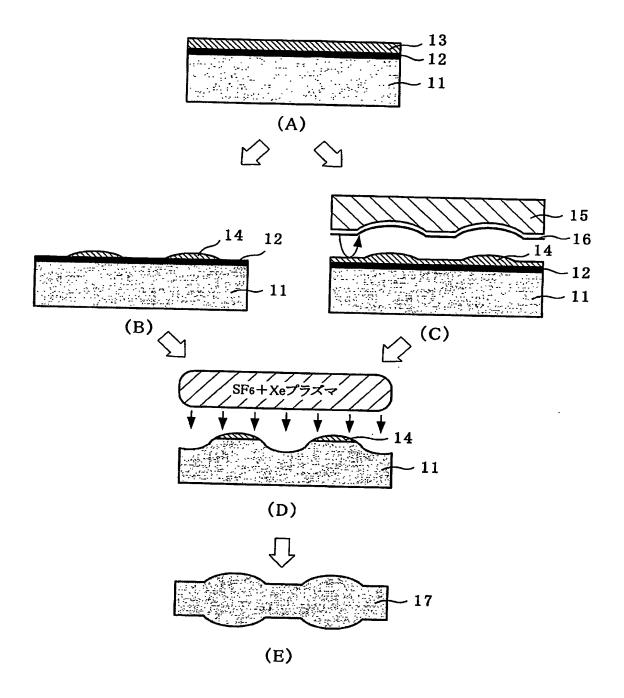
## 【符号の説明】

[0000]

11:被加工基板(圧電材料) 12:加工速度比増幅膜 13:マスク

14:整形されたマスク 15:精密型 16:剥離紙 17:圧電素 子素材 (加工後)







【要約】

【課題】 欠陥を導入することなく圧電材料を所定の三次元形状に加工し、高精度,高品質の圧電素子を得る。

【解決手段】 圧電材料基板11上に所定の膜厚分布をもつマスク14を設けた後、 圧電材料基板11,マスク14の加工速度差を利用したドライエッチングにより目標 三次元形状に加工する。マスク14の膜厚分布は、リフロー,精密型15を用いた圧 着等によって調整される。ドライエッチングに使用するガス組成の調整によって も、マスク14の膜厚分布を増幅させた三次元形状に圧電材料基板11を加工できる

## 【選択図】 図1

# 認定・付加情報

特許出願の番号

特願2003-142894

受付番号

50300839806

書類名

特許願

担当官

小松 清

1905

作成日

平成15年 5月23日

<認定情報・付加情報>

【提出日】

平成15年 5月21日



【書類名】

【提出日】 【あて先】

【事件の表示】

【出願番号】

【承継人】

【識別番号】

【住所又は居所】 【氏名又は名称】

【代表者】 【連絡先】

【提出物件の目録】

【物件名】

【援用の表示】

【物件名】

【援用の表示】

出願人名義変更届 (一般承継)

平成15年10月31日 特許庁長官 殿

特願2003-142894

503360115

埼玉県川口市本町四丁目1番8号

独立行政法人科学技術振興機構

沖村 憲樹

〒102-8666 東京都千代田区四番町5-3 独立行政法 人科学技術振興機構 知的財産戦略室 佐々木吉正 TEL 0 3-5214-8486 FAX 03-5214-8417

権利の承継を証明する書面 1

平成15年10月31日付提出の特第許3469156号にかか

る一般承継による移転登録申請書に添付のものを援用する。

登記簿謄本 1

平成15年10月31日付提出の特第許3469156号にかかる一般承継による移転登録申請書に添付のものを援用する。

# 出願人履歴情報

識別番号

[396020800]

1. 変更年月日 [変更理由] 住 所

氏 名

1998年 2月24日 名称変更

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

科学技術振興事業団

特願2003-142894

出願人履歴情報

識別番号

[503360115]

1. 変更年月日 [変更理由]

月日 2003年10月 1日 由] 新規登録

住 所氏 名

新克豆球 埼玉県川口市本町4丁目1番8号 独立行政法人 科学技術振興機構